CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E ANÁLISE SENSORIAL DO LEITE PASTEURIZADO ADICIONADO DE ÁGUA, SORO DE QUEIJO, SORO FISIOLÓGICO E SORO GLICOSADO

Physicochemical characteristics and sensorial evaluation of pasteurized milk added with water, cheese whey, 0.9% sodium chlorite solution and 5.0% dextrose solution

Marco Antonio Sloboda Cortez[1]
Viviane Guimarães Dias[2]
Rafael Gomes Maia[2]
Clara Calil Alves Costa[3]

SUMÁRIO

O objetivo deste estudo foi verificar os efeitos da adição de água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado nas características físico-químicas e sensoriais do leite pasteurizado. As análises realizadas foram densidade, acidez, crioscopia e determinação da composição, sendo os resultados comparados com a legislação. A avaliação sensorial verificou o nível de detecção da fraude. Com a adição de 1,0% de água, a crioscopia apresentou o valor de -0,527ºH. Nas adições dos soros de queijo, fisiológico e glicosado, a crioscopia permaneceu em conformidade. Quanto à acidez, a partir da adição de 25% de água, observou-se não conformidade, com 13,5ºD. Na adição de soro de queijo, os valores da acidez atenderam a legislação. Adicionando 15% de soro fisiológico ou glicosado, a acidez foi 13 e 13,5ºD, respectivamente. Para a densidade, 20% de água e 30% de soro fisiológico determinaram valores não conformes, ambos 1,027g/mL. Na adição de soro de queijo e glicosado, a densidade permaneceu dentro dos padrões. Na análise sensorial, apenas foi detectada diferença a partir de 25% de água adicionada, 45% de soro de queijo, 20 de soro fisiológico e 30% de soro glicosado. As adições reduziram os teores de gordura, lactose, proteínas e minerais. A crioscopia foi eficaz para detectar aguagem, porém a adição de solutos dificultou a detecção. Densidade, acidez e análise sensorial não foram métodos confiáveis para a determinação das fraudes. A pesquisa da influência das substâncias adicionadas nas características físico-químicas do leite é fundamental para um melhor controle da qualidade e facilitar a inspeção.

Termos para indexação: Leite, Qualidade, Fraudes, Análises Físico-químicas, Análises Sensoriais.

1 INTRODUÇÃO

Diversas fraudes têm sido reportadas na literatura, com destaque para a adição de água e de soro de queijo, que são adicionados ao leite com o principal intuito de aumentar o volume produzido (ZOCCHE et al. 2002, MACEDO; PFLANZER, 2003; VIEIRA; CARVALHO, 2003; MARQUES; COELHO; SOARES, 2005; CARLOS, 2004; MARTINS et al. 2008; SILVA, 2008). Porém, outras fraudes, tais como adição de substâncias antimicrobianas, reconstituintes de densidade, neutralizantes de acidez são comumente detectadas. Mesmo substâncias não usuais tais como soro fisiológico e soro glicosado podem ser adicionadas, como em casos de controle e torneios leiteiros.

Entretanto, algumas alterações não são diretamente relacionadas ao ato de fraudar o leite com o claro intuito de aumentar o volume. No leite UHT, alguns pesquisadores tem associado o

1 Docente, Faculdade de Veterinária, Universidade Federal Fluminense. Médico Veterinário, Doutor em Ciência e Tecnologia dos Alimentos. macortez@vm.uff.br.
2 Médicos Veterinários. vivigdias@yahoo.com.br, rafa_vet_uff@hotmail.com.
3 Médica Veterinária, Mestre em Higiene Veterinária e Processamento Tecnológico de Produtos de Origem Animal. claracalil@yahoo.com.br

aumento do teor de umidade do leite, inclusive com amostras fora do padrão para crioscopia, estrato seco total e desengordurado, ao processo térmico, onde o leite é aquecido por meio da incorporação direta de vapor (MARTINS et al., 2008).

Os principais prejuízos das fraudes são a redução do rendimento, o maior gasto com as operações unitárias industriais, a diminuição do valor nutricional, a alteração da qualidade dos produtos beneficiados e o risco aos consumidores em virtude da presença de determinadas substâncias potencialmente perigosas.

A detecção das fraudes no leite cru ou beneficiado é fundamental para assegurar um produto que atenda os padrões de qualidade esperados e que não apresente risco ao ser utilizado. Diversas técnicas são utilizadas na rotina para a detecção das fraudes (BRASIL, 2006), sendo que novas metodologias são desenvolvidas a partir da necessidade, ou seja, em resposta a um novo tipo de fraude que esteja sendo utilizado. Procedimentos laboratoriais modernos, tais como a cromatografia líquida de alta eficiência para a detecção de maltodextrina (BRASIL, 2007) e a eletroforese capilar para a determinação quantitativa da quantidade de soro de queijo (BRASIL, 2010), são ferramentas úteis e precisas para assegurar a qualidade do leite, auxiliando na coibição da realização das fraudes. Mesmo em relação ao estudo da composição e das características físico químicas do leite, novas tecnologias, mais rápidas e práticas, tem sido utilizadas, com destaque para as técnicas que empregam o infravermelho (TSENKOVA et al., 1999; TSENKOVA et al., 2000) e o ultrassom (PONSANO, 2007; PINTO, 2008).

Na avaliação do leite fluido cru, pasteurizado e UHT e dos produtos lácteos derivados, a utilização de técnicas de análise físico-químicas e a avaliação dos respectivos resultados, comparando-os com os padrões dispostos nas legislações pertinentes (BRASIL, 1996; BRASIL, 1997; BRASIL, 2002), fazem parte da rotina de laboratórios oficiais, de centros de pesquisas e de estudo e dos estabelecimentos industriais.

Entre as técnicas mais utilizadas destacam-se a determinação do ponto de congelamento do leite (índice crioscópico), da densidade relativa a 15ºC, acidez titulável, determinação da composição do leite, verificação do teor de sólidos totais e sólidos não gordurosos e pesquisa de substâncias ilegalmente adicionadas, tais como agentes antimicrobianos, reconstituintes de densidade, neutralizantes de acidez e outras substâncias utilizadas em fraudes específicos (BRASIL, 2006).

O objetivo deste experimento foi verificar a influência da adição de quantidades progressivas de água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado ao leite pasteurizado, por meio da determinação da densidade, acidez titulável, crioscopia, composição (lactose, proteína, gordura e minerais), e análise sensorial.

2 MATERIAL E MÉTODOS

As amostras de leite foram preparadas a partir da mistura de 15 litros leite pasteurizado e padronizado (3,0% de gordura), produzido por uma indústria sob Inspeção Federal, adquirido de um estabelecimento comercial da cidade de Niterói, Rio de Janeiro. O leite inicialmente utilizado se encontrava dentro dos padrões das legislações para todos os requisitos pesquisados (BRASIL, 2002; BRASIL, 2008), a fim de se obter um controle negativo para todas as análises.

Para a realização de cada tratamento experimental, foram adicionadas ao leite pasteurizado quantidades específicas de água destilada, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado a 5%, sendo produzidas nove unidades experimentais para cada tipo de adição (tratamento). Os níveis de adição das substâncias selecionadas foram: 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; e 30,0%.

Para todos os tratamentos foram realizadas análises físico-químicas de acidez titulável (acidez Dornic), índice crioscópico (Crioscópio Eletrônico Digital, marca ITR, modelo MC 5400) e densidade relativa à 15ºC (termolactodensímetro, Gerber Instrumentals, calibrado para 15º), conforme a metodologia oficial (BRASIL, 2006), em quadruplicata. As concentrações de lactose, proteínas, gordura e minerais foram determinadas utilizando o multi-analisador de leite Boecolac 70, por ultrassom (marca BOECO Ltda, modelo Lactoscan 70,), sendo os resultados representativos de uma média de seis análises. Os dados foram analisados por estatística descritiva simples.

Para a obtenção de soro de queijo fresco, foi produzido um queijo Minas Frescal, sendo o soro resultante da produção desse queijo mantido a uma temperatura de refrigeração (4-5ºC) por aproximadamente 24 horas, e então utilizado para a fraude.

Para averiguar a percepção dos consumidores em diferenciar o leite fraudado do leite normal, foram realizadas análises sensoriais pelo método de diferença Duo-trio, a 5% de significância, de acordo com procedimento preconizado por Chaves e Sprosser (2001). Os provadores, não treinados, 30 para cada análise, foram recrutados aleatoriamente. Todos os provadores apresentavam a característica de consumir leite regularmente. Para a avaliação sensorial, as amostras com aproximadamente 25mL, foram servidas em cabines individuais, com luz vermelha para mascarar a diferença de coloração entre as amostras. Os provadores tiveram a disposição um copo de água que foi utilizado para enxaguar a boca entre as amostras,

sendo orientados a analisar primeiramente a amostra referência e em seguida analisar as outras duas que estavam codificadas com números aleatórios, e identificar qual delas seria idêntica à referência. Para as fraudes com água e soro de queijo foram realizadas análises com 10, 20, 25, 30, 40 e 45%. Para soro fisiológico e soro glicosado foram realizadas análises com 10, 20, 25 e 30%.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da determinação da crioscopia das amostras controle e fraudadas estão indicados na Tabela 1. Os resultados fora do padrão da legislação estão em destaque (BRASIL, 2002).

As adições de soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado nos níveis testados não alteraram a crioscopia a ponto das amostras apresentarem resultados em não conformidade com a legislação.

Já na adição de água, a adição de 1% de água já elevou o índice crioscópico para -0,5268º H, sendo não conforme com a legislação, que determina um valor máximo para a crioscopia de -0,530º H (BRASIL, 2002).

O valor de -0,5268º H para o índice crioscópio encontrado com a adição de 1% de água, apresenta-se inclusive fora da faixa de limite de repetibilidade do equipamento, que foi determinada como ±0,002º H pelo fabricante do equipamento.

A crioscopia aumentou progressivamente com o aumento da quantidade de água adicionada, e com a adição de 30% de água ao leite, o valor da crioscopia obtido foi de -0,4044ºH. Com a adição de 20% de água, o valor da crioscopia foi de -0,4424º H, sendo este ponto o que os provadores detectaram diferenças significativas (P>0,05) entre a amostra não fraudada e a amostra fraudada. A adição de soro de queijo, uma fraude relativamente comum atualmente, não acarretou em modificações marcantes nos valores da crioscopia, mesmo com adição de 30% de soro, o que pode ser considerado uma grande preocupação em relação à detecção desta fraude por métodos mais simples. Com a adição de soro de queijo, os valores do índice crioscópico entre os tratamentos permaneceram praticamente inalterados, com uma média de -0,5359 (± 0,0014) e valores variando de -0,5350 °H para o tratamento com 1,0% de adição de soro, até -0,5378 °H com a adição de 30,0% de adição. A não observação de modificação nos resultados da crioscopia com a adição de soro ao leite foi devido à composição do soro, que é rico em componentes solúveis, tais como lactose, proteínas solúveis e sais minerais, que agem diminuindo a crioscopia, mesmo tendo o soro uma grande quantidade de água (CARVALHO et al., 2007). O soro possui uma grande quantidade de lactose, em torno de 5% (BEM-HASSAN; GHALY, 1994), e já que o índice crioscópico está muito relacionado à quantidade de lactose da amostra, este não foi eficaz para a detecção de fraude por adição de soro ao leite (CARVALHO et al., 2007).

Neste experimento, o leite analisado foi o leite pasteurizado padronizado, entretanto Martins et al. (2008), relatam que os tratamentos térmicos aplicados ao leite podem alterar o índice crioscópico. Borges e Pinto (2008) analisaram 14.771 amostras de leite recebidas na plataforma de um laticínio, e constataram que 622 (4,21%) apresentaram índice de crioscopia alterado, sendo 419 amostras (67,36%) com índice crioscópico entre -0,500 e -0,529 ºH e 203 (32,64%) entre -0,560 e -0,600 ºH. Neste experimento, os autores concluíram que as prováveis causas da variação da crioscopia relacionaram-se com a intenção de aumentar o lucro, já que na época do estudo, o preço do litro de leite na época atingiu valores elevados.

Silva et al. (2008), avaliando 348 amostras de leite pasteurizado, encontraram diversas não conformidades na comparação com os valores da Instrução Normativa n. 51 (BRASIL, 2002), com as seguintes proporções: 32,2% para o teor de gordura; 25,6% para a crioscopia; 8,6% para o ex-

Tabela 1 – Resultados médios e respectivos desvios padrões dos valores obtidos nas análises de crioscopia, em graus Hortvet (º H), com a adição de 0 a 30% de agente fraudador.

	Substância Adicionada ao Leite			
Adição (%)	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	-0,5329 ± 0,0006	-0,5350 ± 0,0004	-0,5341 ± 0,0007	-0,5352 ± 0,0012
1,0	**-0,5268** ± 0,0002	-0,5350 ± 0,0013	-0,5322 ± 0,0004	-0,5306 ± 0,0015
2,5	**-0,5190** ± 0,0004	-0,5354 ± 0,0004	-0,5338 ± 0,0009	-0,5327 ± 0,0005
5,0	**-0,5044** ± 0,0003	-0,5351 ± 0,0004	-0,5328 ± 0,0012	-0,5350 ± 0,0009
10,0	**-0,4745** ± 0,0087	-0,5339 ± 0,0000	-0,5341 ± 0,0012	-0,5357 ± 0,0004
15,0	**-0,4582** ± 0,0015	-0,5363 ± 0,0008	-0,5356 ± 0,0007	-0,5381 ± 0,0009
20,0	**-0,4424** ± 0,0012	-0,5369 ± 0,0002	-0,5350 ± 0,0007	-0,5396 ± 0,0007
25,0	**-0,4209** ± 0,0004	-0,5381 ± 0,0000	-0,5372 ± 0,0016	-0,5415 ± 0,0006
30,0	**-0,4044** ± 0,0003	-0,5378 ± 0,0010	-0,5374 ± 0,0013	-0,5415 ± 0,0006

trato seco desengordurado; 7,5% para a acidez; 2,3% no teste do alizarol; e, 1,4% para a densidade. Os pesquisadores destacaram a crioscopia como um método eficaz de determinar a adição de água.

As médias dos resultados da determinação da densidade relativa a 15º C das amostras controle e fraudadas estão indicados na Tabela 2. Os resultados fora do padrão da legislação estão em destaque (BRASIL, 2002).

Em relação à adição de água, apenas a partir de 25% de adição ocorreu redução do valor da densidade da amostra (1,026g/mL) a níveis de não conformidade segundo a legislação, que determina a faixa de densidade aceitável de 1,028 a 1,034 g/mL (BRASIL, 2002).

Tronco (2008) relatou que apesar da determinação da densidade ser utilizada como um método para a detecção de aguagem no leite, isoladamente não é uma análise conclusiva, devido à possível existência de amostras de leite com elevados teores de gordura, que em virtude da baixa densidade (0,93 g/mL), influencia a densidade total do leite.

Já com a adição de soro de queijo, a densidade permaneceu sem muitas variações, compreendendo os valores de 1,033 g/mL e 1,032 g/mL para o tratamento de 1,0% e 30% de adição, com média de 1,033 ± 0,0004. A manutenção dos valores da densidade dentro dos padrões ocorreu em virtude da presença de constituintes no soro com densidade maior que 1,0 g/mL (lactose, minerais e proteínas), demonstrando que este método não é eficaz para detecção de fraude por adição de soro.

No acréscimo de soro fisiológico, com a adição de 1% o valor da densidade foi de 1,033 g/mL e apenas com a adição de 30% o valor determinado (1,027 g/mL) encontrou-se relativamente abaixo do limite mínimo da legislação, que é 1,028 g/mL (BRASIL, 2002). O tratamento com soro glicosado não determinou uma não conformidade com os valores limítrofes estipulados pela legislação, assim como o soro de queijo. A medição de 1,031 g/mL correspondeu ao acréscimo de 1% e a de 1,028 g/mL correspondeu a 30%.

Carvalho et al. (2007) avaliaram a qualidade do leite pasteurizado em Viçosa-MG e encontraram uma amostra de uma marca com acidez de 20° D, -0,483º H de índice crioscópico, gordura de 2,8% e densidade normal, comprovando adição de água e posteriormente alguma substância solúvel, como o sal (cloreto de sódio), para corrigir densidade.

As médias para a determinação da acidez titulável, das amostras de leite fraudadas, estão indicados na Tabela 3. Os resultados não conformes com a legislação estão em destaque (BRASIL, 2002).

Tabela 2 – Resultados médios e respectivos desvios padrões dos valores obtidos nas análises de densidade relativa à 15º C (g/mL), com a adição de 0 a 30% de agente fraudador.

	Substância Adicionada ao Leite			
Adição (%)	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	1,032 ± 0,0002	1,033 ± 0,0007	1,033 ± 0,0001	1,032 ± 0,0010
1,0	1,031 ± 0,0006	1,032 ± 0,0002	1,034 ± 0,0008	1,032 ± 0,0008
2,5	1,031 ± 0,0006	1,033 ± 0,0004	1,035 ± 0,0001	1,032 ± 0,0012
5,0	1,031 ± 0,0006	1,033 ± 0,0000	1,032 ± 0,0000	1,031 ± 0,0010
10,0	1,030 ± 0,0006	1,034 ± 0,0000	1,030 ± 0,0005	1,031 ± 0,0003
15,0	1,028 ± 0,0005	1,033 ± 0,0008	1,031 ± 0,0000	1,030 ± 0,0008
20,0	1,028 ± 0,0004	1,033 ± 0,0007	1,030 ± 0,0002	1,029 ± 0,0003
25,0	**1,026** ± 0,0004	1,033 ± 0,0006	1,029 ± 0,0005	1,029 ± 0,0003
30,0	**1,025** ± 0,0005	1,032 ± 0,0009	**1,027** ± 0,0001	1,028 ± 0,0004

Tabela 3 – Resultados médios e respectivos desvios padrões dos valores obtidos nas análises de acidez titulável, em graus Dornic (º D), com a adição de 0 a 30% de agente fraudador.

Adição (%)	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	16,0 ± 1,1547	16,0 ± 0,8165	15,0 ± 0,0000	15,5 ± 0,5773
1,0	16,0 ± 0,0000	16,5 ± 0,5773	15,0 ± 0,0000	15,5 ± 0,5773
2,5	16,0 ± 0,8165	16,0 ± 0,0000	15,0 ± 0,0000	16,0 ± 0,0000
5,0	16,0 ± 0,8165	15,0 ± 0,5000	14,5 ± 0,0000	15,0 ± 0,0000
10,0	15,5 ± 0,4787	15,0 ± 0,0000	14,0 ± 0,0000	14,5 ± 0,5773
15,0	15,0 ± 0,1000	14,5 ± 0,5773	**13,0** ± 0,0000	**13,5** ± 0,5773
20,0	14,5 ± 0,2500	14,5 ± 0,5773	**12,0** ± 0,0000	**13,0** ± 0,0000
25,0	**13,5** ± 0,3400	14,0 ± 0,0000	**12,0** ± 0,2887	**12,0** ± 0,0000
30,0	**13,0** ± 0,0000	14,0 ± 0,0000	**11,5** ± 0,0000	**12,0** ± 0,0000

Tabela 4 – Resultados médios e respectivos desvios padrões dos valores obtidos nas análises pelo método de ultrassom para as concentrações de lactose (%), proteína (%), gordura (%) e minerais do leite, com a adição de 0 a 30% de agente fraudador.

Lactose				
(%) de Adição	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	4,30 ± 0,0141	4,31 ± 0,0047	4,30 ± 0,0094	4,35 ± 0,0047
1	**4,24 ± 0,0050**	4,30 ± 0,0000	**4,28 ± 0,0082**	**4,28 ± 0,0082**
2,5	4,17 ± 0,0126	4,29 ± 0,0081	4,23 ± 0,0141	4,25 ± 0,0094
5	4,07 ± 0,0129	4,24 ± 0,0169	4,13 ± 0,0403	4,20 ± 0,0094
10	3,90 ± 0,0403	4,22 ± 0,0081	4,05 ± 0,0163	4,04 ± 0,0957
15	3,69 ± 0,0100	4,07 ± 0,0081	3,88 ± 0,0047	4,02 ± 0,0125
20	3,54 ± 0,0081	4,14 ± 0,0094	3,77 ± 0,0170	4,01 ± 0,0125
25	3,37 ± 0,0057	4,08 ± 0,0081	3,66 ± 0,0082	3,92 ± 0,0047
30	3,22 ± 0,0129	4,12 ± 0,0216	3,55 ± 0,0163	3,87 ± 0,0047
Proteína				
(%) de Adição	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	3,30 ± 0,0141	3,30 ± 0,0047	3,32 ± 0,0450	3,33 ± 0,0000
1	3,30 ± 0,0848	3,31 ± 0,0047	3,27 ± 0,0082	3,27 ± 0,0082
2,5	3,19 ± 0,0095	3,28 ± 0,0082	3,23 ± 0,0125	3,25 ± 0,0094
5	3,11 ± 0,0057	3,24 ± 0,0170	3,15 ± 0,0245	3,21 ± 0,0094
10	2,96 ± 0,0050	3,22 ± 0,0047	3,09 ± 0,0125	3,09 ± 0,0726
15	**2,82 ± 0,0057**	3,11 ± 0,0082	2,97 ± 0,0082	3,08 ± 0,0082
20	**2,71 ± 0,0050**	3,16 ± 0,0047	**2,88 ± 0,0125**	3,07 ± 0,0082
25	**2,58 ± 0,0050**	3,12 ± 0,0082	**2,80 ± 0,0082**	3,00 ± 0,0000
30	**2,57 ± 0,1606**	3,15 ± 0,0206	**2,71 ± 0,0125**	**2,96 ± 0,0000**
Gordura				
(%) de Adição	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	3,40 ± 0,0095	3,48 ± 0,0170	3,40 ± 0,0205	3,32 ± 0,0189
1	3,16 ± 0,0095	3,47 ± 0,0094	3,49 ± 0,1678	3,30 ± 0,0047
2,5	3,11 ± 0,0141	3,42 ± 0,0124	3,32 ± 0,0216	3,26 ± 0,0236
5	3,08 ± 0,0050	3,37 ± 0,0419	3,21 ± 0,0330	3,17 ± 0,0236
10	**2,92 ± 0,0245**	3,21 ± 0,0141	3,06 ± 0,0249	**2,92 ± 0,1034**
15	2,80 ± 0,0115	2,70 ± 0,0329	2,93 ± 0,0082	2,85 ± 0,0094
20	2,72 ± 0,0126	2,72 ± 0,0822	2,79 ± 0,0249	2,64 ± 0,0216
25	2,60 ± 0,0081	2,26 ± 0,0368	2,65 ± 0,0125	2,63 ± 0,0047
30	2,50 ± 0,0126	2,17 ± 0,0095	2,52 ± 0,0125	2,54 ± 0,0047
Minerais				
(%) de Adição	Água	Soro de queijo	Soro fisiológico	Soro glicosado
0	0,66 ± 0,0050	0,66 ± 0,0000	0,66 ± 0,0000	0,67 ± 0,0000
1	0,65 ± 0,0000	0,66 ± 0,0000	0,65 ± 0,0000	0,65 ± 0,0047
2,5	0,64 ± 0,0000	0,65 ± 0,0047	0,64 ± 0,0047	0,65 ± 0,0000
5	0,62 ± 0,0000	0,64 ± 0,0047	0,63 ± 0,0047	0,64 ± 0,0000
10	0,59 ± 0,0000	0,64 ± 0,0047	0,61 ± 0,0094	0,62 ± 0,0141
15	0,56 ± 0,0000	0,62 ± 0,0047	0,59 ± 0,0000	0,61 ± 0,0047
20	0,54 ± 0,0000	0,63 ± 0,0047	0,57 ± 0,0047	0,61 ± 0,0047
25	0,51 ± 0,0050	0,63 ± 0,0000	0,56 ± 0,0000	0,60 ± 0,0000
30	0,49 ± 0,0000	0,63 ± 0,0047	0,54 ± 0,0047	0,59 ± 0,0000

No acréscimo de 1% de água obteve-se o valor de 16,0°D e apenas a partir de 25% de adição, com medição de 13,5°D, a acidez se encontrou fora dos padrões da legislação, que estabelece a faixa de 14 a 18ºD como a normalidade (BRASIL, 2002). Com 30% de adição de água o valor foi de 13,0°D.

Com a adição de soro de queijo os valores permaneceram dentro dos limites determinados pela legislação (BRASIL, 2002). Com 1,0 e 30,0% de acréscimo de soro, as medições de acidez foram respectivamente 16,5 e 14,0°D, com média de 15,04 ± 0,9223. Para o tratamento com soro fisiológico, na adição de 1%, a acidez aferida foi igual a 15°D e com 15,0% de adição, já caracterizou uma não conformidade, correspondendo ao valor de 13,0°D, decrescendo até 11,5°D na adição de 30,0% de soro de queijo.

O soro glicosado, assim como o soro fisiológico, adicionado de 15,0 a 30,0% obteve valores de 13,5 a 12,0°D, ou seja, não conformes com os limites determinados pela legislação (BRASIL, 2002).

ZOCCHE et al. (2002) avaliando 40 amostras de leite pasteurizado no oeste do Paraná, detectaram 12,5 amostras com acidez acima do padrão (BRASIL, 2002), mesmo sendo detectada a fraude por adição de água em algumas destas amostras.

Na Tabela 5 estão indicados os resultados médios da análise da composição do leite por ultrassom. Os resultados não conformes com a legislação estão em destaque (BRASIL, 2002; BRASIL, 2008).

Em relação aos efeitos das adições realizadas no teor de lactose das amostras, comparando as médias dos valores obtidos com o padrão mínimo de 4,3% descrito na legislação (BRASIL, 2008), tem-se que na adição de água, soro fisiológico e glicosado partir de 1% de fraude já foi caracterizado uma não conformidade, com valores ligeiramente abaixo de 4,3% de lactose. A mesma tendência de redução da concentração de lactose observada para a adição de soro de queijo, porém de forma menos marcante devido à presença de carboidratos nestas soluções.

Já a influencia das adições na concentração de proteína apenas se tornou mais evidente a partir da adição de 15% de água, com o teor de proteína obtido ligeiramente abaixo de 2,9%, que é o valor mínimo aceito pela legislação (BRASIL, 2002). Na fraude com soro fisiológico foi detectada uma não conformidade a partir de 25% de adição, com o valor de 2,8%. Os valores de proteína para a adição de soro de queijo e soro glicosado apesar de apresentarem uma tendência à redução permaneceram dentro do preconizado pela legislação.

O teor de gordura apresentou-se fora do mínimo determinado pela legislação (3,0%) na adição de 10% de água e soro glicosado, sendo em ambos os casos de 2,9%. Na adição de soro de queijo, o valor de gordura na adição de 15% de soro foi de 2,7%. Já na adição de soro fisiológico, com a adição de 15% o valor obtido foi de 2,9%.

A concentração de minerais apresentou uma leve tendência à redução para todas as adições, principalmente para a adição de água e soro fisiológico, que apresentaram o valor final com 30% de adição de 0,49 e 0,54% de minerais, respectivamente. A adição de soro de queijo não modificou muito a concentração de minerais, sendo observado o teor de 0,63% após 30% de adição de soro.

As fraudes atuam modificando a concentração dos principais componentes sólidos do leite (lactose, proteínas, gordura e minerais). A determinação do extrato seco total e desengordurado pode dar um indicativo da presença de fraudes no leite. Em experimento realizado por MARTINS et al. (2008), 30 amostras (100% do total) tiveram o teor de extrato seco desengordurado inferior a 8,2%.

Os resultados da avaliação sensorial das amostras fraudadas com água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5 – Concentrações de água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado necessárias para ser detectada diferença significativa pelo teste Duo-trio a 5% de significância.

Substância Adicionada	Concentração detectada
Água	30%
Soro de queijo	45%
Soro fisiológico	20%
Soro glicosado	30%

A adição de água apenas foi detectada pelos provadores com a adição de 30%. Nos testes com adição de soro de queijo, os julgadores não detectaram diferença sensorial com 30%, sendo que outra análise foi realizada com 40 e 45% de soro, sendo que a diferença foi percebida apenas com a adição de 45% de água.

Para os tratamentos com 10%, 20% e 30% de soro fisiológico e soro glicosado, os julgadores foram capazes de identificar a adição aos níveis de 20% e 30%, respectivamente.

4 CONCLUSÕES

Apesar da crioscopia se mostrar um método eficiente para detectar aguagem, mesmo em pequenas concentrações da fraude, esta técnica é falível em casos onde a água é adicionada misturada com outros componentes, como os presentes no soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado.

As outras técnicas testadas, tais como densidade e acidez Dornic não foram capazes de detectar quantidades relativamente altas de fraudes, o que é uma preocupação em virtude do uso destas determinações como as únicas análises de rotina em muitos estabelecimentos. A análise sensorial não foi um método confiável para a determinação da maioria das fraudes. O entendimento da influência das fraudes nas características físico-químicas e sensoriais do leite é fundamental para uma melhor abordagem no controle da qualidade, possibilitando uma atuação da inspeção do leite mais eficiente.

SUMMARY

This study was conducted to verify the effects of incorporation of water, cheese whey, 0.9% sodium chlorite and 5.0% dextrose solution in physicochemical and sensorial characteristics of pasteurized milk. The analyses realized were density, acidity, cryoscopy index and determination of milk composition, and the results obtained were compared to legislation values. The sensorial evaluation was performed to determine the limit of fraud detection. Adding 1.0% of water, the cryoscopy index (-0.527ºH) was lower than accept limit. To cheese whey, sodium chlorite and dextrose solutions incorporation, cryoscopy values remained within law patters. Up to 25% of water addition, milk acidity was lower than requirement (13.5ºD). Adding 15% of sodium chlorite and dextrose solutions the acidity values were outside of standards, respectively 13 and 13.5ºD. To density, 20% of water and 30% of sodium chlorite addition determined values were lower than the accepted range, both 1.027g/mL. Using cheese whey and dextrose solution, the samples density remained inside the standards. In sensorial evaluation, only after the incorporation of 25% of added water, 45% of cheese whey, 20% of sodium chlorite and 30% of dextrose solutions, differences were detected. Additions reduced fat, lactose, proteins and minerals contents in all cases. The cryoscopy was an efficient to detect water addition, however the addition of solids difficult the detection. Density, acidity and sensorial analysis were not precise methods for determination of the adulterations. The study of influence caused by incorporation of some substances in milk is a value tool to a better control of milk quality and helps inspection procedures.

Index terms: Milk, quality, Frauds, Physicochemical Analyses, Sensorial Evaluation.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BEM-HASSAN, R. M.; GHALY, A. E. Continuous propagation of Kluyveromyces fragilis in cheese whey for pollution potential reduction. Applied Biochemistry and Biotechnology, v. 47, p. 89-105, 1994.

BORGES, K. A.; PINTO, A. T. Variações no índice crioscópico de amostras de leite recebidas na plataforma de um laticínio, no período de janeiro a agosto de 2007. In: Congresso Brasileiro de Medicina Veterinária, 2008, Gramado. Anais do 35 Congresso Brasileiro de Medicina Veterinária, 2008.

BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Decreto Nº 30.691, de 29 de Março de 1952, alterado pelo Decreto Nº 6385, DE 27 DE FEVEREIRO DE 2008. Aprova o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. Diário Oficial da União, Brasília, DF, página 4, de 28/02/2008, Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 7, DE 2 DE MARÇO DE 2010. Aprovar o Método Oficial de Determinação de CMP em leite, por HPLC, Eletroforese Capilar e Espectrometria de Massas em leite, em apresentações integrais, semidesnatadas e desnatadas, tratados por processos de UHT ou pasteurização. Diário Oficial da União, Brasília, DF, página 5, de 03/03/2010, Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. *Diário Oficial da União*, Brasília, DF, 14 dez. 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 51, de 18 de setembro de 2002. Aprova os Regulamentos Técnicos de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, do Leite tipo B, do Leite tipo C, do Leite Pasteurizado e do Leite Cru Refrigerado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p. 13, 20 set. 2002. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 14, DE 27 DE ABRIL DE 2007. Aprova os Métodos Analíticos Físico-Químicos para Detecção da Maltodextrina em Leite, em conformidade com o Anexo desta Instrução Normativa, determinando

que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. Diário Oficial da União, Brasilia, DF, Seção 1, Página 5, de 03/05/2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria Nº 370, de 04 de setembro de 1997. Aprova a Inclusão do Citrato de Sódio no Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade do Leite U.H.T (U.A.T). Diário Oficial da União, DF, p. 19700, 08 set. 1997, Seção 1.

CARLOS, L. A. et al. Avaliação físico-química, microbiológica e de resíduos de pectina, em leite tipo C comercializado no município de Campos dos Goytacazes, RJ. **Revista Higiene Alimentar,** São Paulo, v. 18, n. 123, p. 57-61, 2004.

CARVALHO, A. F. FREITAS, R. CAMPOS, F. M. Qualidade físico-química e microbiológica do leite pasteurizado comercializado em Viçosa – MG. *II Congresso Brasileiro de Qualidade do Leite*. 2007.

CHAVES, J. B. P.; SPROSSER, R. L. Práticas de laboratório de análise sensorial de alimentos e bebidas. Viçosa: UFV, 2001. 81 p.

MACEDO, R. E. F.; PFLANZER JR, S. B. Avaliação microbiológica do leite pasteurizado tipo "C" comercializado na região metropolitana de Curitiba. In: SIMPÓSIO LATINO AMERICANO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 5, 2003, Campinas. Anais... Campinas, 2003.

MARQUES, M. S.; COELHO JR, L.B.; SOARES, P. C. Avaliação da qualidade microbiológica do leite pasteurizado tipo C processado no estado de Goiás. In: CONGRESSO LATINO-AMERICANO E VII BRASILEIRO DE HIGIENISTAS DE ALIMENTOS, 2, 2005, Búzios. Anais... Búzios, v. 19, n. 130, 2005.

MARTINS, A. M. C. V.; ROSSI JUNIOR, O. D.; SALOTTI, B. M.; BÜRGER, K.P.; CORTEZ, A. L. L; CARDOZO, M. V. Efeito do processamento UAT (Ultra Alta Temperatura) sobre as características físico-químicas do leite. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v. 28, n. 2, p. 295-298, abr/jun. 2008.

PINTO, A. T.; ZANELA, M. B.; RIBEIRO, M. E. R.; FERNANDEZ, V. N. V.; SANTOS, J. O. Correlação entre os métodos infravermelho e ultrassom na determinação da composição química do leite das vacas do concurso leiteiro da Expointer 2007. Acta Scientiae Veterinariae. 36(3): p. 273-276. 2008.

PONSANO, E. H. G; PERRI, S. H. V; MADUREIRA, F. C. P;PAULINO, R. Z; CAMOSSI, L. G. Correlação entre métodos tradicionais e espectroscopia de ultrassom na determinação de características físico-químicas do leite *Arq. Bras. Med. Vet. Zootec.,* v. 59, n. 4, p. 1052-1057, 2007.

SILVA, M. C. D.; SILVA, J. V. L.; RAMOS, A. C. S.; MELO, R. O.; OLIVEIRA, J. O. Caracterização microbiológica e físico-química de leite pasteurizado destinado ao programa do leite no Estado de Alagoas. Ciência e Tecnologia dos Alimentos, Campinas, 28(1): 226-230, jan.-mar. 2008.

TRONCO, V. M. Manual para Inspeção da Qualidade do Leite. 3ª ed. Santa Maria: UFSM, 2008, 166 p.

TSENKOVA, R.; ATANASSOVAS, S.; ITOH, K.; OZAKI, Y.; TOYODA, K. Near-Infrared Spectroscopy for biomonitoring cow milk composition in a spectral region from 1, 100 to 2,400 nanometers. Journal of Animal Science, v. 78, p. 515-522, 2000.

TSENKOVA, R.; ATANASSOVAS, S.; TOYODA, K., OZAKI, Y.; FEARN, T. Near-Infrared Spectroscopy for Dairy Management: Measurement of Unhomogenized Milk Composition. Journal of Dairy Science, v. 82, n. 11, 1999.

VIEIRA, T. R. L.; CARVALHO, M. G. X. Características microbiológicas e físico-químicas e condições higiênico-sanitárias do leite pasteurizado tipo "C" comercializados na cidade de Patos – PB. In: CONGRESSO NACIONAL DE LATICÍNIOS, 20, 2003, Juiz de Fora. Anais... Juiz de Fora: Central Formulários, v. 58, n. 333, p. 201-203, 2003.

ZOCCHE, F.; BERSOT, L. S.; BARCELLOS, V. C.; PARANHOS, J. K.; ROSA, S. T. M.; RAYMUNDO, N. K. Qualidade Microbiológica e Físico-Química do Leite Pasteurizado Produzido na Região Oeste do Paraná. Archives of Veterinary Science v. 7, n. 2, p. 59-67, 2002.